

**ORGANISCHE SCHUTZSCHICHT FUER METALLISCHE REFLEXIONS- UND/ODER
SCHUTZSCHICHTEN**

Patent number: DD252368
Publication date: 1987-12-16
Inventor: ZIMMERMANN FRANK (DD); THIELEMANN VOLKMAR
(DD); KURTESSIS NIKOS (DD); FREITAG WERNER
(DD); KACZMARCZYK ERNST (DD); LOHS WERNER
(DD)
Applicant: DRESDEN LACKFABRIK (DD)
Classification:
- **international:** C03C17/38
- **european:**
Application number: DD19850272788 19850128
Priority number(s): DD19850272788 19850128

[Report a data error here](#)

Abstract not available for DD252368

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTCHRIFT

(19) DD (11) 252 368 A1

4(51) C 03 C 17/38

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 03 C / 272 788 2	(22)	28.01.85	(44)	16.12.87
(71)	VEB Lackfabrik Dresden, Dohnaer Straße 111, Dresden, 8036, DD				
(72)	Zimmermann, Frank, Dipl.-Chem.; Thielemann, Volkmar, Dipl.-Chem.; Kurtessis, Nikos, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat.; Freitag, Werner, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat.; Kaczmarczyk, Ernst; Lohs, Werner, Dipl.-Chem., DD				
(54)	Organische Schutzschicht für metallische Reflexions- und/oder Schutzschichten				

(57) Die Erfindung betrifft eine organische Schutzschicht für metallische Schichten auf Glas, wie sie vorrangig zur Herstellung von Farb-, Grau- und Gebrauchsspiegeln verwendet werden. Ziel der Erfindung ist die Verbesserung der Gebrauchseigenschaften metallischer Reflexions- und/oder Schutzschichten durch eine verbesserte organische Schutzschicht. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine organische Schutzschicht auf der Basis eines Anstrichstoffes bereitzustellen. Überraschend wurde gefunden, daß die erfindungsgemäße organische Schutzschicht durch einen einschichtig aufzutragenden Anstrichstoff gebildet wird, der als Bindemittel eine Kombination eines Epoxidharzester-Aminharz-Systems mit einem dicyclopentadienmodifizierten Polyesterharz und einem Epoxidharz enthält.

ISSN 0433-6461

4 Seiten

BEST AVAILABLE COPY

Erfindungsanspruch:

1. Organische Schutzschicht für metallische Reflexions- und/oder Schutzschichten auf Glas auf Basis eines einschichtig aufzutragenden Anstrichstoffes, **dadurch gekennzeichnet**, daß dieser Anstrichstoff aus
 - 10-16% eines fettsäuremodifizierten Epoxidharzes
 - 4-10% eines Aminharzes
 - 5-10% eines mit mindestens 20% Dicyclopentadien-modifizierten Polyesters
 - 2-8% eines Epoxidharzes
 - 37-41% anorganischen und/oder organischen Pigmenten und Füllstoffen
 - 42-15% organischen Lösungsmittelnbesteht.
2. Organische Schutzschicht nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als fettsäuremodifiziertes Epoxidharz vorzugsweise ein mit rund 40% konjugiert-ungesättigtes fettsäuremodifiziertes Dianepoxid eingesetzt wird.
3. Organische Schutzschicht nach Punkt 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Aminharz vorzugsweise veräthertes Melamin-Formaldehydharz eingesetzt wird.
4. Organische Schutzschicht nach Punkt 1-3, **dadurch gekennzeichnet**, daß als modifizierter Polyester vorzugsweise ein Vernetzungsprodukt aus mindestens 20% Dicyclopentadien, einer α ; β -ungesättigten Dicarbonsäure und einem zweiwertigen Alkohol eingesetzt wird.
5. Organische Schutzschicht nach Punkt 1-4, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Epoxidharz vorzugsweise ein mittelmolekulares Dian-Epichlorhydrin-Epoxidharz eingesetzt wird.
6. Organische Schutzschicht nach Punkt 1-5, **dadurch gekennzeichnet**, daß als anorganische Pigmente vorzugsweise Titandioxid Rutil, Talkum, Chromoxidgrün und Eisenoxide allein oder auch in Kombination mit anderen inerten Pigmenten und Füllstoffen eingesetzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft den Schutz metallischer Schichten auf Glas, wie sie vorrangig zur Herstellung von Farb-, Grau- und Gebrauchsspiegeln verwendet werden. Dabei sollen sowohl die metallischen Reflexionsschichten als auch ggf. darüber befindliche weitere metallische Schutzschichten geschützt werden. Ein weiteres Anwendungsgebiet betrifft die generelle Anwendung der erfindungsgemäß definierten Lösung für den Schutz von mineralischen Untergründen gegen die Einwirkung von Wasser, Wasserdampf und korrosiven Medien insbesondere auch bei erhöhten Temperaturen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Erzielung von organischen Schutzschichten für metallische Reflexions- und/oder Schutzschichten auf Glas werden ein- und mehrschichtige Anstrichsysteme verwendet, die mit unterschiedlichen Applikationsverfahren aufgetragen werden. Es sind sowohl Anstrichstoffe auf der Basis fettsäuremodifizierter Alkydharze, Epoxidharze, Epoxidharzester als auch Alkyd-Aminharz-Systeme, Epoxidharzester-Aminharz-Systeme, Acrylharze bzw. Acryl-Alkydharz-Kombinationen bekannt. Diese Anstrichsysteme weisen eine ungenügende Beständigkeit gegenüber Beanspruchung durch Wasserdampf unterschiedlicher Sättigung bzw. Schweißwasser auf den genannten Substraten auf. Das äußert sich in Blasen- und Rißbildung sowie Haftungsverminderung gefolgt von teilweiser oder vollständiger Ablösung der organischen Schutzschicht und in deren Ergebnis in der Zerstörung der metallischen Reflexionsschicht. Auch der aufwendige Mehrschichtaufbau solcher Schutzschichten kann diese Mängel nur teilweise beheben. Infolge dieser Unbeständigkeit wird die Gebrauchsdauer der metallischen Reflexions- und/oder Schutzschicht in erheblicher Weise eingegrenzt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Gebrauchsdauer metallischer Reflexions- und/oder Schutzschichten auf Glas durch eine verbesserte organische Schutzschicht, die durch einen einschichtigen Auftrag eines Beschichtungsstoffes erhalten wird, auch unter extremer Wasserdampf- bzw. Schweißwasserbelastung zu verlängern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine organische Schutzschicht für metallische Reflexions- und/oder Schutzschichten auf Glas auf Basis eines Anstrichstoffes bereitzustellen, die insbesondere eine verbesserte Haftfestigkeit und eine verlängerte Schutzwirkung gegenüber der metallischen Reflexions- und/oder Schutzschicht aufweist.

Überraschend wurde gefunden, daß die erfindungsgemäße organische Schutzschicht durch einen einschichtig aufzutragenden pigmentierten Anstrichstoff gebildet wird, der als Bindemittel eine Kombination des an sich bekannten Epoxidharzester-Aminharz-Systems mit einem dicyclopentadien-modifizierten Polyesterharz und einem Epoxidharz enthält. Der erfindungsgemäße Anstrichstoff hat folgende Zusammensetzung:

10-16% eines fettsäuremodifizierten Epoxidharzes (Epoxidharzester)

4-10% eines Aminharzes

5-10% eines dicyclopentadien-modifizierten Polyestersharzes mit mindestens 20% Dicyclopentadiengehalt

2-8% eines Epoxidharzes

37-41% anorganische und/oder organische Pigmente und Füllstoffe

42-15% organische Lösungsmittel

Als fettsäuremodifizierte Epoxidharze können übliche Epoxidharzester zum Einsatz kommen. Bevorzugt werden Harze, die aus konjugiert ungesättigten Fettsäuren wie Rizinenfettsäure und mittelmolekularen Epoxidharzen auf Dianbasis hergestellt sind.

Als Aminharz können die bekannten Aminoplastlackharze, die für wärmegeforderte und Einbrennlacksysteme geeignet sind, verwendet werden. Vorzugsweise werden Melaminformaldehydharze mittlerer Reaktivität eingesetzt.

Als dicyclopentadien-modifizierte Polyester sind Veresterungsprodukte geeignet, die mindestens 20% Dicyclopentadien, weitere übliche Rohstoffe wie Dicarbonsäure, Polyalkohole, Fettsäuren, Öle usw. enthalten können. Bevorzugt werden ölfreie oder mit maximal 25% Fettsäure modifizierte Polyester, die aus Dicyclopentadien, ungesättigten Dicarbonsäuren und zweiwertigen Alkoholen hergestellt werden.

Als Epoxidharze können die üblichen aromatischen und aliphatischen Epoxidharze Verwendung finden. Vorzugsweise werden mittelmolekulare Harze auf Basis Dian und Epichlorhydrin eingesetzt. Als anorganische und/oder organische Pigmente und Füllstoffe können die allgemein bekannten Produkte angewendet werden, wie z.B. Titandioxid Rutil, Talkum, Chromoxidgrün, Eisenoxide, Acetylenruß, Schwerspat usw. Vorzugsweise werden inerte Pigmente und Füllstoffe eingesetzt. Als organische Lösungsmittel können die in der Lackchemie üblichen Lösungsmittel wie aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe, Ester, Ketone usw. Einsatz finden. Neben den aufgeführten Bestandteilen des pigmentierten Anstrichstoffes können in untergeordneter Menge die gebräuchlichen Lackhilfsmittel eingesetzt werden.

Der erfindungsgemäße Anstrichstoff kann mittels aller üblichen Applikationsverfahren, insbesondere aber durch Gießen, Fluten, Tauchen, Walzen und Spritzen oder elektrostatisch aufgetragen werden. Die Bildung der Schutzschicht erfolgt bevorzugt durch einen thermischen Vernetzungsprozeß.

Mit der erfindungsgemäßen Komposition kann eine durch oben angeführte Applikationsmethoden auftragbare, gut haftende organische Schutzschicht hergestellt werden, die vorzugsweise durch thermische Vernetzung einen Schutzfilm für metallische Reflexions- und/oder Schutzschichten bildet, der gegenüber raumklimatischen Einflüssen insbesondere Wasserdampf oder Schweißwasser eine ausgezeichnete Beständigkeit aufweist. Dieses Ergebnis ist überraschend und war in keiner Weise zu erwarten. Nach dem bekannten Stand der Technik widerstehen die anfangs angeführten charakteristischen Bindemittel weder allein noch in Kombination mit Aminharzen auch nur annähernd den hohen Belastungen so gut wie die erfindungsgemäße Kombination. Aber auch dicyclopentadienhaltige Polyester allein oder in Verbindung mit Aminharzen versagen unter diesen Bedingungen ebenfalls völlig.

Ausführungsbeispiele

Die nachfolgend genannten Beispiele enthalten Anstrichstoffe, die aus 50 Masseteilen Pigmenten (70% Titandioxid Rutil und 30% Mikrotalkum) und 25 Masseteile Bindemittel bezogen auf die lösungsmittelfreie Harzkombination hergestellt werden. Die Anstrichstoffe werden mit Gemischen aus Xylen, Cyclohexanon und Äthylglykolacetat auf Spritzviskosität eingestellt und damit die metallische Reflexionsschicht auf Glas beschichtet. Die organischen Schutzschichten werden durch thermische Vernetzung während 30 Minuten bei 180°C erhalten. Ihre Schichtstärke beträgt $45 \pm 5 \mu\text{m}$. Die Beurteilung der organischen Schutzschichten erfolgt nach:

a) DIN 1238 (April 1983)

Durchgeführt werden der Schweißwasser- und der Salzsprühtest über einen Zeitraum von 480 Stunden.

b) Schneidbarkeit der Glasproben

Dabei wird die Beschaffenheit der Schutzschicht an der Schnittkante beschrieben.

c) Schleifbarkeit über eine Kantenlänge von 10 cm

Dabei wird die Beschaffenheit der Schutzschicht an der Schleifkante beschrieben.

Der erfindungsgemäße Anstrichstoff enthält folgende Bindemittelkombination (Anstrichstoff 1):

11,1 Teile Epoxidharzester (lösungsmittelfrei)

4,9 Teile Aminharz (lösungsmittelfrei)

3,3 Teile mit Dicyclopentadien modifizierter Polyester (lösungsmittelfrei)

5,7 Teile Epoxidharz (lösungsmittelfrei)

Als Epoxidharzester wird ein mit rund 40% Rizinenfettsäure modifiziertes mittelmolekulares Dianepoxid (Epoxidäquivalentgewicht 875) eingesetzt.

Als Aminharz findet ein butanolveräthertes Melamin-Formaldehydharz mittlerer Reaktivität Verwendung. Als modifizierter Polyester dient ein Umsetzungsprodukte aus 1,3-Butandiol und α ; β -ungesättigter Dicarbonsäure, modifiziert mit etwa 30% Dicyclopentadien.

Dieses Umsetzungsprodukt besitzt eine Säurezahl von 16,3 mgKOH/g, eine Viskosität von 2250 mPa · s (20°C) bei einem Festkörper von 75,1 Ma.-% in Xylen.

Als Epoxidharz wird ein mittelmolekulares Dian-Epoxidharz (Epoxidäquivalentgewicht etwa 450) eingesetzt.

Im Vergleich dazu wurde ein Anstrichstoff (Anstrichstoff 2) mit folgender Bindemittelzusammensetzung hergestellt:

15 Teile Dicyclopentadien-modifizierter Polyester (lösungsmittelfrei) aus Beispiel 1

5 Teile Epoxidharz (lösungsmittelfrei) aus Beispiel 1

5 Teile Aminharz (lösungsmittelfrei) aus Beispiel 1

Als weiteres Vergleichsbeispiel (Anstrichstoff 3) wurde ein Anstrichstoff mit folgender Bindemittelkombination hergestellt:

29,8 Teile Epoxidharzester (lösungsmittelfrei) aus Beispiel 1

4,2 Teile Aminharz (lösungsmittelfrei) aus Beispiel 1

Prüfergebnisse aus Anstrichstoff	Schwitzwasser nach DIN 1238	Salzsprühtest nach DIN 1238	Schneidbarkeit	Schleifbarkeit
1 (erfindungsgemäß)	500 h bestanden	500 h bestanden	fehlerfrei	fehlerfrei
2 (Vergleich)	nach 250 h Film- zerstörung	nach 200 h Fleck- bildung	Ausplatzungen	unsaubere Schleifkante leichte Ausplatzungen
3 (Vergleich)	nach 350 h Filmzerstörung	nach 300 h Fleckbildung	fehlerfrei	fehlerfrei

Die dargestellten Prüfergebnisse der aus den Anstrichstoffen erhaltenen Schutzschichten belegen die deutliche Erhöhung der Gebrauchseigenschaften der erfindungsgemäßen organischen Schutzschicht.

Die Schutzwirkung gegenüber Wasserdampf und Schwitzwasserbelastung sowie korrosiver Atmosphäre (Salzsprühtest) wird gegenüber dem bekannten Stand der Technik um mindestens 50% erhöht.

Die erfindungsgemäße Kombination in der Formulierung des Anstrichstoffes wurde außerdem einer umfangreichen Prüfung auf unter industriellen Produktionsbedingungen hergestellten metallischen Reflexions- und/oder Schutzschichten unterzogen. Dabei wurden folgende metallische Untergründe einbezogen:

Aluminium, Silber, Kupfer, Titan, Messing, Bronze, V2A-Stahl.

Die charakteristischen Ergebnisse der Prüfungen sind in vorstehender Tabelle angeführt.